

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

(11) N° de publication :

(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

2 746 092

(21) N° d'enregistrement national :

97 03177

(51) Int Cl<sup>6</sup> : C 03 B 20/00, C 03 C 17/34, C 30 B 15/10

(12)

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

(22) Date de dépôt : 17.03.97.

(30) Priorité : 18.03.96 JP 6074496.

(43) Date de la mise à disposition du public de la  
demande : 19.09.97 Bulletin 97/38.

(56) Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche préliminaire : *Ce dernier n'a pas été  
établi à la date de publication de la demande.*

(60) Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

(71) Demandeur(s) : HERAEUS QUARZGLAS GMBH  
GESELLSCHAFT MIT BESCHRÄNKTER HAFTUNG —  
DE et SHIN ETSU QUARTZ PRODUCTS CO LTD —  
JP.

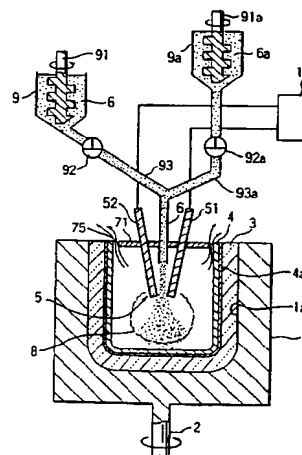
(72) Inventeur(s) : WATANABE HIROYUKI et SATO  
TATSUHIRO.

(73) Titulaire(s) :

(74) Mandataire : CABINET BEAU DE LOMENIE.

(54) PROCÉDE POUR PRODUIRE UN CREUSET EN VERRE DE QUARTZ POUR TIRER UN MONOCRISTAL DE  
SILICIUM ET CREUSET AINSI OBTENU.

(57) L'invention concerne un procédé pour produire un  
creuset en verre de quartz pour tirer un monocristal de sil-  
cium comprenant les étapes suivantes: introduction d'une  
première poudre de quartz dans un moule (1) pour former  
une préforme, fusion d'une partie de la préforme, refroidis-  
sement de la préforme pour former un substrat de creuset  
(3), production d'une atmosphère gazeuse à haute tempé-  
rature (8) à l'intérieur du substrat, introduction d'une  
deuxième poudre de quartz contenant de l'aluminium (6a)  
dans l'atmosphère gazeuse, et fusion et sédimentation de  
cette poudre de quartz sur la surface intérieure du substrat  
pour former une couche intermédiaire (4a), introduction  
d'une troisième poudre de quartz (6) dans l'atmosphère ga-  
zeuse, et fusion et sédimentation de cette poudre sur la  
surface intérieure de la couche de verre de quartz conte-  
nant de l'aluminium pour former une couche intérieure (4)  
de verre de quartz de haute pureté, ainsi qu'un creuset ob-  
tenu par ce procédé.



FR 2 746 092 - A1



La présente invention concerne un creuset en verre de quartz employé pour tirer un monocristal de silicium et un procédé pour le produire. Plus particulièrement, la présente invention concerne un creuset en verre de quartz comprenant une couche extérieure de verre de quartz naturel et une couche  
5 intérieure de verre de quartz synthétique et un procédé pour le produire.

Conventionnellement, le procédé de Czochralski a été employé largement pour produire un monocristal tel qu'un monocristal de semi-conducteur. Le procédé comprend les étapes de fusion de silicium polycristallin dans un récipient pour former une masse fondue, d'immersion de l'extrémité d'un cristal formant  
10 germe dans la masse fondue et de tirage du cristal formant germe depuis la masse fondue, tandis qu'il est entraîné en rotation, pour faire croître un monocristal ayant la même orientation cristallographique que le cristal formant germe. Un creuset en verre de quartz est généralement employé comme récipient pour tirer un monocristal.

Pour produire un creuset en verre de quartz de haute pureté, une poudre de quartz naturel qui est purifiée avec l'acide fluorhydrique ou par un traitement à haute température a été employée conventionnellement. Avec ces traitements, cependant, il est apparu une limitation de l'emploi de la poudre de quartz naturel ainsi purifiée dans la production d'un creuset au cours de ces dernières années, car  
20 malgré une exigence de plus grande pureté dans la production d'un dispositif à semi-conducteur à une vitesse de plus en plus rapide, il reste beaucoup d'impuretés dans la masse d'un creuset conventionnel qui être produit avec la poudre de quartz naturel après les traitements ci-dessus. Une poudre de quartz synthétique de haute pureté produite par le procédé sol - gel peut être employée  
25 pour produire un creuset ayant une pureté aussi haute que nécessaire dans la technologie récente de fabrication des dispositifs à semi-conducteur, mais la poudre de quartz synthétique produite par ce procédé est trop coûteuse pour être employée dans la production du corps entier d'un creuset.

Compte-tenu de telles circonstances, un procédé est proposé dans la demande de brevet japonais examinée n° Hei 4-22861 où une couche extérieure est formée avec du verre de quartz naturel et seule une couche intérieure est formée avec du verre de quartz synthétique. On prévoit que le problème lié au coût mentionné ci-dessus est résolu au moyen de ce procédé, car une poudre de quartz synthétique de haute pureté très coûteuse est employée pour former seulement la  
35 surface intérieure et une partie de son voisinage d'un creuset. Cependant on a

trouvé qu'une couche aussi mince n'est pas suffisante pour empêcher la pollution de la masse fondue de silicium par des impuretés.

La présente invention a pour but de résoudre les problèmes ci-dessus et de fournir un creuset en verre de quartz de haute pureté ayant une couche intérieure  
5 ayant des impuretés en concentration très faible et un procédé peu coûteux et simple pour le produire.

Un creuset selon la présente invention comprend une couche extérieure faite de verre de quartz et une couche intérieure faite de verre de quartz, une couche intermédiaire pour empêcher la migration d'impuretés telles que des métaux  
10 alcalins étant disposée entre les couches intérieure et extérieure.

Un premier aspect de la présente invention concerne un procédé de production d'un creuset pour tirer un monocristal de silicium comprenant une couche de verre de quartz comme couche extérieure, une couche de verre de quartz comme couche intérieure, et une couche intermédiaire de verre de quartz  
15 contenant de l'aluminium pour empêcher la migration d'impuretés entre les couches intérieure et extérieure.

Selon l'invention, le procédé de production du creuset de verre de quartz comprend les étapes suivantes: introduction d'une première poudre de quartz dans le moule le long de la surface intérieure du moule pour accumuler la première  
20 poudre de quartz sous forme d'une couche et former une préforme de la première poudre de quartz, fusion d'une partie de la préforme par de la chaleur irradiée depuis l'intérieur de la préforme, refroidissement de la préforme pour solidifier et former un substrat de creuset d'une couche de verre de quartz opaque, production d'une atmosphère gazeuse à haute température à l'intérieur du substrat pendant ou  
25 après la formation du substrat, introduction d'une deuxième poudre de quartz contenant de l'aluminium ou en combinaison avec un constituant contenant de l'aluminium dans l'atmosphère gazeuse et fusion de celle-ci dans l'atmosphère gazeuse, sédimentation de la deuxième poudre de quartz à l'état fondu depuis l'atmosphère gazeuse sur la surface intérieure du substrat pour former une couche  
30 intermédiaire de verre de quartz contenant de l'aluminium, introduction d'une troisième poudre de quartz dans l'atmosphère gazeuse et fusion de cette poudre dans l'atmosphère gazeuse, et sédimentation de la troisième poudre de quartz à l'état fondu depuis l'atmosphère gazeuse sur la surface intérieure de la couche de verre de quartz contenant de l'aluminium pour former une couche transparente de  
35 verre de quartz de haute pureté.

Il a été trouvé que, dans les creusets connus, certaines des impuretés constituées par des métaux alcalins contenus dans la poudre de quartz naturel peuvent migrer jusqu'à la couche intérieure depuis la couche extérieure à travers la masse d'un creuset, même après l'achèvement du creuset. Quand un creuset est employé au cours d'une opération prolongée de tirage à haute température, certaines impuretés migrent jusqu'à la surface intérieure du creuset et accélèrent la cristallisation du verre de quartz au niveau de sa surface intérieure. Par suite de la cristallisation, les cristaux de verre de quartz parviennent dans la masse fondue de silicium dans le creuset depuis la surface intérieure, ce qui provoque la formation de dislocations ou de certains autres défauts dans un cristal en croissance. L'effet le plus néfaste des impuretés est qu'elles se dissolvent dans la masse fondue de silicium et sont alors incorporées dans le cristal en croissance, ce qui détériore sa qualité.

La couche contenant de l'aluminium empêche la migration d'impuretés entre les couches intérieure et extérieure. Il est donc possible d'employer une poudre de verre de quartz qui a une pureté basse, comme par exemple une poudre de verre de quartz naturel, pour faire la couche extérieure.

Selon l'invention il est suggéré de former la couche intermédiaire par le même procédé que celui qui est employé pour former la couche intérieure. De ce fait, le procédé selon l'invention est facile à mettre en oeuvre. En ce qui concerne le procédé pour faire la couche intermédiaire, la différence avec la formation de la couche intérieure est que la deuxième poudre de quartz contient de l'aluminium ou est introduite dans l'atmosphère gazeuse en combinaison avec un constituant contenant de l'aluminium. Par ce procédé une diffusion homogène de l'aluminium dans la couche intermédiaire est réalisée.

Dans un mode de réalisation préféré, la couche intermédiaire empêchant la migration peut être formée en introduisant un mélange de poudre de quartz synthétique et de poudre d'oxyde d'aluminium puis en le faisant fondre ou en introduisant la poudre de quartz synthétique et la poudre d'oxyde d'aluminium indépendamment puis en les faisant fondre après les avoir mélangées dans l'atmosphère gazeuse. Dans un autre mode de réalisation, une poudre de quartz synthétique dont chaque grain est revêtu d'un composé de l'aluminium ou est dopé avec de l'aluminium est introduite pour former une couche intermédiaire empêchant la migration après la fusion. Dans encore un autre mode de réalisation, une poudre de quartz synthétique et de l'aluminium liquide ou un composé liquide de

l'aluminium sont introduits indépendamment puis mélangés et fondus pour former finalement une couche intermédiaire empêchant la migration.

Un deuxième aspect de la présente invention concerne un creuset en verre de quartz pour tirer un monocristal de silicium, qui comprend une couche  
5 extérieure de verre de quartz, une couche intérieure ayant une très petite quantité d'impuretés et formée sur une surface intérieure de la couche extérieure, et une couche intermédiaire qui a une concentration élevée d'aluminium, et qui est située entre les couches intérieure et extérieure.

Dans un mode de réalisation du deuxième aspect que l'on préfère, la  
10 concentration de l'aluminium dans la couche empêchant la migration est fixée à une valeur égale à 1 à 100 fois le nombre total d'atomes de métaux alcalins dans un volume unitaire du verre de quartz naturel dans la couche extérieure. De préférence encore, la concentration de l'aluminium dans la couche empêchant la migration est fixée à une valeur égale à 5 à 50 fois le nombre total d'atomes de  
15 métaux alcalins dans un volume unitaire du verre de quartz naturel dans la couche extérieure.

Dans un mode de réalisation du creuset en verre de quartz que l'on préfère, la couche extérieure est faite de verre de quartz naturel, et la couche intérieure et la couche intermédiaire sont faites de verre de quartz synthétique.  
20 L'utilisation de verre de quartz naturel pour la couche extérieure réduit les coûts et l'utilisation de quartz synthétique a pour résultat une haute pureté de la couche intérieure. Pour la même raison, la couche intermédiaire devrait aussi être faite à l'aide de poudre de quartz synthétique.

Le nombre d'atomes d'aluminium dans la couche intermédiaire empêchant  
25 la migration est de préférence égal à 1 à 100 fois le nombre total d'atomes de métaux alcalins dans un volume unitaire du verre de quartz dans la couche extérieure. De préférence encore, le nombre d'atomes d'aluminium est fixé dans la gamme de 5 à 50 fois le nombre total d'atomes de métaux alcalins dans un volume unitaire du verre de quartz dans la couche extérieure. L'épaisseur de la couche  
30 intermédiaire empêchant la migration est de préférence de 0,3 mm ou plus, ou de préférence encore de 0,5 mm ou plus. Si l'épaisseur de la couche intermédiaire est inférieure à 0,3 mm, la concentration de l'aluminium doit être localement élevée, ce qui cause une dévitrification dans le verre de quartz. La limite supérieure de l'épaisseur devrait être de 3 à 4 mm, ce qui est habituellement assez épais pour un  
35 emploi pratique.

Dans la présente invention, il est préférable que la couche extérieure soit faite de verre de quartz opaque contenant des bulles et que la couche intérieure soit faite de verre de quartz transparent en une épaisseur prédéterminée et sensiblement exempte de bulles, comme cela est décrit dans la demande de brevet japonais publiée examinée n°. Hei 4-22861.

La figure 1 est une vue en coupe schématique d'un appareil de production d'un creuset en quartz pour un mode de réalisation du procédé selon la présente invention.

La figure 2 est une vue en coupe fragmentaire d'un creuset en quartz produit par le procédé selon la présente invention.

Des modes de réalisation préférés de la présente invention vont être décrits de manière plus détaillée dans la description qui suit et se réfère aux dessins annexés.

Dans la figure 1, un moule rotatif 1 est monté sur un arbre rotatif 2. Une cavité 1a est formée dans le moule 1. Un substrat de creuset 3 est situé dans la cavité 1a, le substrat 3 étant en verre de quartz naturel opaque et jouant le rôle de couche extérieure. Le substrat de creuset 3 est produit par les étapes suivantes: introduction de la poudre de quartz naturel dans le moule 1 en rotation pour disperser uniformément la poudre le long de la surface intérieure du moule 1 et former une préforme de poudre en une couche ayant la forme d'un creuset désiré, fusion de la préforme par de la chaleur irradiée de l'intérieur de la préforme, et refroidissement de la préforme. Un dispositif de décharge par arc 5 ayant des électrodes 51, 52 reliées à une source électrique 10, comme montré dans la figure 1, peut être employé pour irradier la chaleur de l'intérieur de la préforme. Un dispositif de décharge par arc à plasma peut aussi être employé à la place du dispositif de décharge par arc. On peut trouver une description plus détaillée de la production d'un substrat de creuset dans la demande de brevet japonais publiée après examen Hei n°. 4-22861.

L'appareil montré dans la figure 1 est équipé d'un premier réservoir d'approvisionnement 9 qui contient la poudre de quartz synthétique 6 employée pour la formation d'une couche intérieure 4, le premier réservoir d'approvisionnement 9 de l'appareil de la figure 1 étant situé au-dessus du moule 1. Le premier réservoir d'approvisionnement 9 est relié à une conduite de décharge 93, un alimentateur mesureur 92 étant prévu dans la conduite 93. Un agitateur 91 est inséré dans le réservoir d'approvisionnement 9. Dans l'appareil, un deuxième

réservoir d'approvisionnement 9a est aussi prévu au-dessus du moule 1, ce réservoir étant représenté dans la partie supérieure droite de la figure 1. De la poudre de quartz synthétique déjà dopée avec de l'aluminium en une concentration prédéterminée est contenue dans le deuxième réservoir d'approvisionnement 9a. Le  
5 deuxième réservoir d'approvisionnement 9a est relié à une conduite de décharge 93a, un alimentateur mesureur 92a étant prévu dans la conduite 93a. Les conduites de décharge 93 et 93a se rejoignent en une conduite principale 6 qui pénètre dans la cavité 1a. Un agitateur 91a est inséré dans le deuxième réservoir d'approvisionnement 9a. L'ouverture supérieure du moule 1 est couverte avec un  
10 couvercle 71 qui laisse une fente annulaire 75.

Après la formation du substrat de creuset 3, on met en œuvre le procédé suivant qui comprend les étapes décrites ci-après: pendant ou après la formation du substrat 3, introduction dans l'espace intérieur du substrat 3 de la poudre de quartz synthétique 6a dopée avec de l'aluminium à une concentration prédéterminée par la  
15 conduite de décharge 93a tandis que le second alimentateur mesureur 92a est actionné et, pendant la période d'introduction de la poudre de quartz synthétique dopée, maintien d'une décharge par arc entre les électrodes de carbone 51, 52 pour produire de la chaleur et fermeture du premier alimentateur mesureur 92. Dans ces conditions, une atmosphère gazeuse 8 à haute température est générée à l'intérieur  
20 du substrat 3 et la poudre de quartz synthétique dopée 6a est introduite dans l'atmosphère gazeuse 8.

La poudre de quartz synthétique 6a dopée avec l'aluminium est introduite dans l'atmosphère gazeuse 8 pour faire fondre au moins une partie de la poudre sous l'action de la chaleur de l'atmosphère gazeuse 8 pendant son passage dans  
25 l'atmosphère gazeuse 8 après quoi la poudre sédimente depuis l'atmosphère gazeuse 8 sur la surface intérieure du substrat 3 pour former une couche empêchant la migration 4a qui est intégrée avec le substrat 3, la couche ayant une concentration d'aluminium élevée et jouant le rôle de couche pour empêcher la migration d'impuretés selon la présente invention. L'épaisseur de la couche 4a est  
30 d'au moins 0,3 mm, ou de préférence 0,5 mm ou plus et ne devrait pas dépasser 4 mm. Pour former uniformément la couche 4a sur la surface intérieure du substrat 3, il est nécessaire que le dispositif de décharge par arc 5 et l'extrémité de la conduite principale 6 soient déplacés dans une relation spatiale déterminée à une hauteur correcte le long de la surface intérieure du substrat 3 pour former la couche 4a.

35 Puis, le second alimentateur mesureur 92a qui est employé pour l'apport de poudre de quartz synthétique dopée avec de l'aluminium est fermé. Par contre,

le premier alimentateur mesureur 92 pour introduire la poudre de quartz synthétique 6 est ouvert à un degré choisi pour introduire seulement la poudre de quartz synthétique 6 par la conduite de décharge 93 et pour former une couche intérieure 4 sensiblement exempte de bulles. Le procédé pour former la couche  
5 intérieure est décrit de manière plus détaillée dans la demande de brevet japonais publiée après examen n°. Hei 4-22861 mentionnée ci-dessus.

La figure 2 représente une vue en coupe fragmentaire d'un creuset produit par le procédé mentionné ci-dessus. Un creuset selon la présente invention comprend une couche extérieure, à savoir un substrat 3, qui est fondue par la  
10 chaleur irradiée depuis un espace intérieur, une couche intérieure 4 qui est formée en introduisant la poudre de quartz synthétique dans une atmosphère gazeuse 8 à haute température pour faire fondre, disperser et sédimenter la poudre sur la surface intérieure du substrat 3, et une couche intermédiaire empêchant la migration 4a qui contient une concentration d'aluminium élevée et qui est formée  
15 entre les couches intérieure et extérieure 3, 4. La couche extérieure 3 est de préférence une couche opaque de verre de quartz à haute teneur en bulles, comme décrit dans la demande de brevet japonais publiée après examen n°. Hei 4-22861. La couche intérieure 4 est de préférence formée de manière à être sensiblement exempte de bulles, comme décrit dans la même demande.

20 La couche empêchant la migration 4a comme couche intermédiaire a pour fonction d'empêcher la migration des métaux alcalins tels que le lithium qui sont inclus dans le verre de quartz naturel de la couche extérieure 3 jusqu'à la surface exposée de la couche intérieure, le lithium étant l'un des métaux alcalins qui constituent les impuretés contenues dans le quartz naturel de la matière première  
25 utilisée pour la couche extérieure 3. L'aluminium présent dans la couche empêchant la migration 4a, qui est dans un état électriquement négatif, piège et neutralise électriquement un métal alcalin qui migre vers la couche intérieure 4 depuis la couche extérieure 3. ce qui empêche les atomes de métaux alcalins d'atteindre la couche intérieure. Dans ce but, il est préférable que la couche 4a ait une  
30 concentration d'aluminium aussi élevée que 1 à 100 fois, ou de préférence 5 à 50 fois, le nombre total d'atomes de métaux alcalins dans un volume unitaire du verre de quartz naturel de la couche extérieure 3. Dans le cas où la concentration d'aluminium est plus basse que la limite inférieure de 1 fois, les atomes d'aluminium ne peuvent pas agir d'une manière qui satisfait le but de la présente invention et.  
35 d'autre part, dans le cas où la concentration est plus haute que la limite supérieure



de 100 fois, les atomes d'aluminium ont tendance à agir défavorablement sur le verre de quartz lui-même et à accélérer sa dévitrification.

Dans le mode de réalisation décrit ci-dessus, une poudre de quartz synthétique 6a dopée avec de l'aluminium est introduite dans une atmosphère gazeuse 8 à haute température, mais un mélange d'une poudre de quartz synthétique et d'une poudre d'oxyde d'aluminium peut aussi être contenu dans le réservoir d'approvisionnement 9a. A titre d'alternative, une poudre d'oxyde d'aluminium est introduite dans le deuxième réservoir d'approvisionnement 9a, une poudre de quartz synthétique est introduite dans le premier réservoir d'approvisionnement 9 et, après avoir été mélangées, les deux poudres sont introduites dans l'atmosphère gazeuse. A titre d'alternative supplémentaire, une poudre de quartz synthétique revêtue d'un composé de l'aluminium peut être employée. Une poudre ainsi revêtue peut être obtenue par le fait qu'une poudre de quartz synthétique est plongée dans une solution aqueuse du composé de l'aluminium après quoi la poudre est séchée.

Dans le mode de réalisation ci-dessus, la poudre d'oxyde d'aluminium 6a qui provient du deuxième réservoir d'approvisionnement 9a est de préférence envoyée par la conduite de décharge 93a en étant transportée dans un courant d'azote pour éviter que la poudre s'agglomère dans l'appareil de la figure 1. Dans un autre mode de réalisation, un composé liquide de l'aluminium peut être employé comme dopant. Dans le cas où un composé liquide de l'aluminium est employé, il est possible d'introduire le composé liquide de l'aluminium depuis le deuxième réservoir d'approvisionnement 9a et la poudre de quartz synthétique depuis le premier réservoir d'approvisionnement 9.

Comme décrit ci-dessus, selon la présente invention, une couche empêchant la migration 4a est formée entre la couche extérieure 3 et la couche intérieure 4 si bien que la migration d'impuretés constituées par des métaux alcalins en direction du verre de quartz synthétique de la couche intérieure 4 depuis le verre de quartz naturel de la couche extérieure 3 est empêchée. De ce fait, la couche intérieure 4 peut être protégée afin d'avoir une concentration d'impuretés très basse. De plus, cette situation favorable peut être maintenue pendant le tirage d'un monocristal de silicium.

#### Exemple

Un creuset de 56 cm (22 pouces) de diamètre intérieur est produit au moyen de l'appareil montré dans la figure 1. Pour la production, 20 kg de poudre

de quartz naturel sont introduits dans la cavité 1a du moule rotatif 1 et une préforme est produite sous forme d'une couche extérieure 3. La préforme est chauffée et fondue dans la région de sa surface intérieure pour former la couche extérieure 3. D'autre part, parallèlement à la formation de la couche extérieure, 1 kg de poudre de quartz synthétique 6a dopée avec de l'aluminium à une concentration de 500 ppm, qui est égale à environ 10 fois le nombre total d'atomes de métaux alcalins dans un volume unitaire du verre de quartz naturel dans la couche extérieure 3, est introduit dans une atmosphère gazeuse 8 à haute température pour former sur la couche extérieure 3 une couche empêchant la migration 4a ayant une épaisseur d'environ 0,4 mm. Puis, une couche intérieure 4 est formée en introduisant 3 kg de poudre de quartz synthétique de la manière décrite dans le mode de réalisation ci-dessus. Les concentrations d'impuretés ont été mesurées sur des échantillons des couches intérieure et extérieure 3, 4 d'un creuset ainsi obtenu. Les résultats sont montrés dans le tableau suivant dans lequel les valeurs numériques sont en ppm.

Tableau

		Al	K	Li	Na
Exemple	couche intérieure	< 1	<0,01	<0,01	<0,01
	couche extérieure	17	0,21	0,79	0,01
Exemple comparatif	couche intérieure	< 1	0,02	0,21	0,01
	couche extérieure	17	0,22	0,78	0,01

20      Exemple comparatif

Un creuset de quartz a été produit au moyen de l'appareil montré dans la figure 1 dans les mêmes conditions que celles de l'exemple à ceci près qu'une couche empêchant la migration avec une concentration d'aluminium élevée n'est pas formée entre les couches intérieure et extérieure 3, 4. Les concentrations des impuretés ont été mesurées sur des échantillons des couches intérieure et extérieure 3, 4 du creuset produit, et les résultats sont montrés dans le tableau précédent.

Comme le montre le tableau, les concentrations d'impuretés, surtout le lithium, dans la couche intérieure 4 du creuset obtenu par le procédé selon la présente invention sont manifestement diminuées. Ceci est dû au fait que la migration d'impuretés, surtout le lithium, contenues dans le verre de quartz naturel de la couche extérieure 3 vers la couche intérieure de verre de quartz synthétique était limitée par la présence d'aluminium dans la couche empêchant la migration 4a comme couche intermédiaire.

## REVENDICATIONS

1. Procédé pour produire un creuset de verre de quartz pour tirer un monocristal de silicium au moyen d'un moule ayant une ouverture supérieure, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes d'introduction d'une première poudre de quartz dans le moule (1) le long de la surface intérieure du moule pour déposer la première poudre de quartz sous forme d'une couche et former une préforme de la première poudre de quartz, de fusion d'une partie de la préforme par de la chaleur irradiée de l'intérieur de la préforme, de refroidissement de la préforme pour la solidifier et former un substrat de creuset (3) d'une couche extérieure de verre de quartz, de production d'une atmosphère gazeuse à haute température (8) à l'intérieur du substrat pendant ou après la formation du substrat, d'introduction d'une deuxième poudre de quartz (6a) contenant de l'aluminium ou en combinaison avec un constituant contenant de l'aluminium dans l'atmosphère gazeuse et de fusion de cette poudre dans l'atmosphère gazeuse, de sédimentation de la deuxième poudre de quartz en fusion depuis l'atmosphère gazeuse sur la surface intérieure du substrat pour former une couche intermédiaire de verre de quartz contenant de l'aluminium (4a), d'introduction d'une troisième poudre de quartz (6) dans l'atmosphère gazeuse et de fusion de cette poudre dans l'atmosphère gazeuse, et de sédimentation de la troisième poudre de quartz en fusion depuis l'atmosphère gazeuse sur la surface intérieure de la couche de verre de quartz contenant de l'aluminium pour former une couche intérieure (4) de verre de quartz de haute pureté.

2. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que la première poudre de quartz est une poudre de verre de quartz naturel, la deuxième poudre de quartz est une poudre de quartz synthétique contenant de l'aluminium, et la troisième poudre de quartz est une poudre de verre de quartz synthétique.

3. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que la deuxième poudre de quartz est un mélange d'une poudre de verre de quartz synthétique et d'une poudre d'oxyde d'aluminium.

4. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que la deuxième poudre de quartz est une poudre de verre de quartz synthétique et le constituant contenant de l'aluminium est une poudre d'oxyde d'aluminium.

5. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que la deuxième poudre de quartz est une poudre de quartz synthétique dont chaque particule est revêtue d'un composé de l'aluminium.

6. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que la deuxième poudre de quartz est une poudre de verre de quartz synthétique dopée avec de l'aluminium.

5 7. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que la deuxième poudre de quartz est une poudre de quartz synthétique et le constituant contenant de l'aluminium est de l'aluminium liquide ou un composé liquide de l'aluminium.

8. Creuset en verre de quartz pour tirer un monocristal de silicium caractérisé en ce qu'il comprend une couche extérieure (3) en verre de quartz, une couche intérieure (4) en verre de quartz et une couche intermédiaire (4a) en verre  
10 de quartz contenant de l'aluminium qui empêche la migration d'impuretés entre les couches intérieure et extérieure.

9. Creuset selon la revendication 8 caractérisé en ce que la couche extérieure est faite de verre de quartz naturel, et la couche intérieure et la couche intermédiaire sont faites de verre de quartz synthétique.

15 10. Creuset selon l'une quelconque des revendications 8 et 9 caractérisé en ce que le nombre d'atomes d'aluminium dans la couche intermédiaire contenant de l'aluminium est égal à 1 à 100 fois le nombre total d'atomes de métaux alcalins dans un volume unitaire de la couche extérieure.

20 11. Creuset selon l'une quelconque des revendications 8 à 10 caractérisé en ce que le nombre d'atomes d'aluminium dans la couche intermédiaire contenant de l'aluminium est égal à 5 à 50 fois le nombre total d'atomes de métaux alcalins dans un volume unitaire de la couche extérieure.

12. Creuset selon l'une quelconque des revendications 8 à 11 caractérisé en ce que l'épaisseur de la couche intermédiaire est de 0,3 mm ou plus.

25 13. Creuset selon l'une quelconque des revendications 8 à 12 caractérisé en ce que la couche extérieure est faite d'un verre de quartz opaque contenant des bulles et la couche intérieure est faite d'un verre de quartz transparent sensiblement exempt de bulles.

1/1

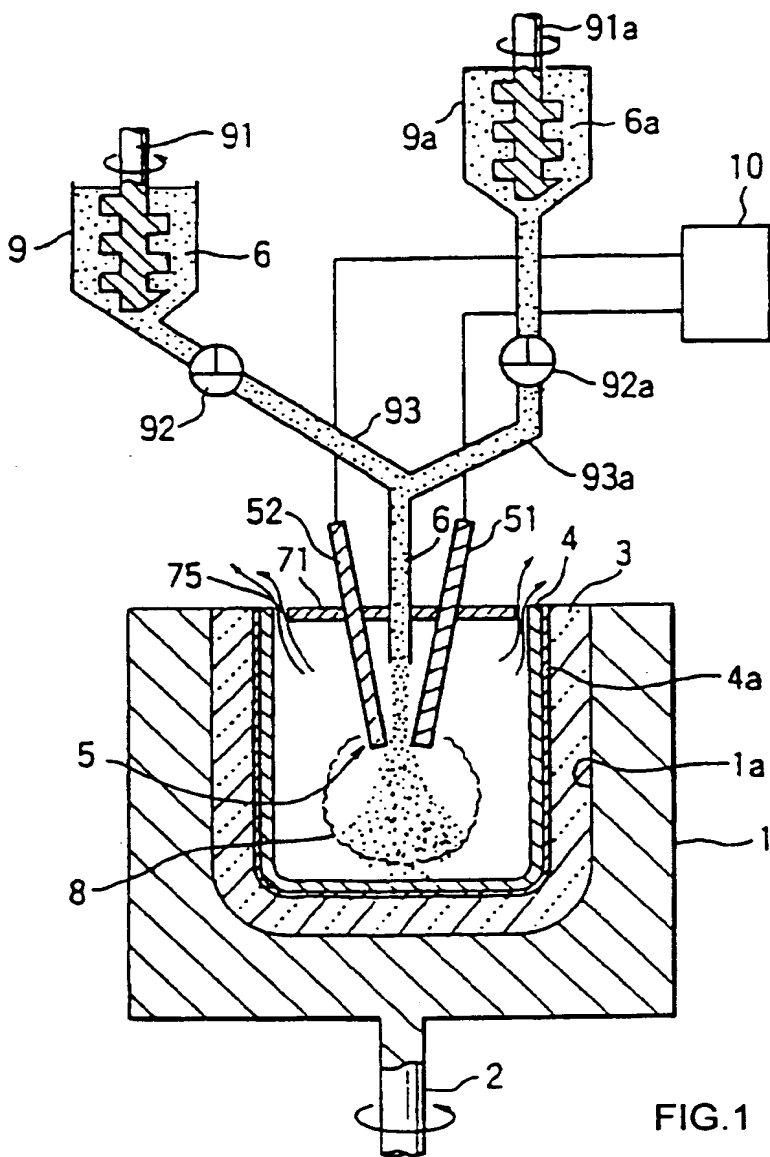


FIG.1

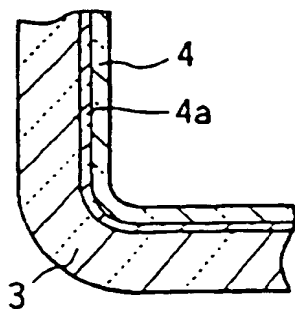


FIG.2